

Implantação de Metodologia para Obtenção de Leitura Sacarimétrica em Caldo de Sorgo Sacarino*

Priscila Cordeiro Gomes¹, Maria Lúcia Ferreira Simeone², Paulo Eduardo de Aquino Ribeiro³ e Rafael Augusto da Costa Parrella⁴

^{1,2,3,4}Embrapa Milho e Sorgo, Sete Lagoas, MG. ¹cordeiro@cnpmis.embrapa.br, ²malu@cnpmis.embrapa.br, ³pauloedu@cnpmis.embrapa.br, ⁴parrella@cnpmis.embrapa.br.

RESUMO – O caldo de sorgo sacarino é uma matéria-prima alternativa ao caldo de cana-de-açúcar na obtenção de etanol como biocombustível. Métodos de análise laboratoriais, como, por exemplo, a Leitura Sacarimétrica, são utilizados para avaliar a qualidade da cana-de-açúcar nas usinas. A adequação da metodologia analítica à matriz sorgo requer adequação da mistura clarificante usada no preparo do caldo e validação dessa metodologia. Para a validação da leitura sacarimétrica foram estimados os seguintes parâmetros de desempenho: precisão, sensibilidade, tendência/recuperação e linearidade. A metodologia em estudo foi considerada validada e a leitura sacarimétrica das amostras de sorgo variou de 1,07 °Z a 48,41 °Z.

Palavras-chave: clarificante, etanol, teor de sacarose.

Introdução

A demanda por energia no mundo vem aumentando e, com isso, a necessidade de buscar fontes alternativas de energia como os biocombustíveis. O etanol é um biocombustível com cadeia produtiva já reconhecida e em ascensão. No Brasil, o uso de etanol como combustível vem desde 1975 com a criação do Programa Nacional do Álcool (Proálcool) através do Decreto N° 76.593, de 14 de novembro de 1975 (BRASIL, 1975). Devido à preocupação com o efeito estufa e a necessidade de redução do volume de emissão de gases, este assunto volta a ser foco de pesquisas e incentivos (PARRELLA et al., 2010).

A principal matéria-prima utilizada para produção de etanol no Brasil é a cana-de-açúcar devido à grande quantidade de açúcares fermentáveis presentes no caldo. Como a cana-de-açúcar apresenta um ciclo de vida longo, isso gera um período de entressafra (TEIXEIRA et al., 1997). No período de entressafra da cana-de-açúcar, a cultura do sorgo sacarino apresenta-se como uma alternativa para a produção de etanol. O sorgo sacarino, uma cultura semelhante à cana-de-açúcar, possui colmos com açúcares diretamente fermentáveis e um ciclo de cultivo de quatro meses, podendo ser utilizado nas usinas na entressafra da cana, utilizando os mesmos maquinários (PARRELLA et al., 2010).

Nas usinas, a cana-de-açúcar que chega é avaliada tecnicamente quanto à sua qualidade, relacionada à concentração de açúcares presentes, entre eles sacarose, frutose e

* Agradecimentos – EMBRAPA, FAPEMIG e POLIMATE.

glicose. Uma das análises técnicas realizadas é a Leitura Sacarimétrica, que é a determinação do teor de sacarose por meio de um Sacarímetro. Considerando que o sorgo sacarino será utilizado na entressafra da cana, a sua qualidade técnica também deverá ser analisada pelos mesmos parâmetros utilizados para a cana, incluindo entre eles a Leitura Sacarimétrica, teor de sólidos solúveis (°Brix) e a concentração de sacarose (CONSECANA, 2006).

Os objetivos do presente trabalho foram: avaliar um método de clarificação para o caldo de sorgo para a realização da Leitura Sacarmétrica; avaliar os parâmetros de desempenho dessa análise através da validação do método e avaliar o teor de sólidos solúveis (°Brix), a Leitura Sacarimétrica e a quantidade de sacarose presente em amostras de sorgo sacarino pertencentes a um painel de genótipos do Programa de Melhoramento Genético da Embrapa Milho e Sorgo.

Material e Métodos

O caldo de sorgo sacarino foi obtido pela prensagem do material em prensa hidráulica – Hidraseme PHS 250 (Hidraseme, Ribeirão Preto), conforme recomendado pelo Manual CONSECANA (2006). Foi obtido o caldo de 180 cultivares de sorgo sacarino pertencentes ao Programa de Melhoramento Genético da Embrapa Milho e Sorgo.

Para realizar a avaliação da qualidade técnica do caldo de sorgo sacarino realizou-se a análise da Leitura Sacarimétrica (LS). Para a realização dessa análise é necessário clarificar a amostra, uma vez que as amostras possuem material particulado e em suspensão. O processo de clarificação consiste em adicionar uma mistura de produtos químicos (mistura clarificante) que possuem a propriedade de remover o material particulado e em suspensão, tornando a amostra límpida para possibilitar a LS. Para tanto, foi avaliado, antes de validar essa metodologia, qual a mistura clarificante apresentaria melhor resultado. Para definir qual a mistura clarificante resultaria em um melhor desempenho para a nova matriz (sorgo sacarino) e a quantidade dessa mistura a ser utilizada no processo foram avaliadas duas misturas clarificantes à base de alumínio: uma preparada no laboratório e outra adquirida comercialmente (Octapol®). A mistura clarificante preparada no laboratório (proporção para 1000 g) foi: 1 parte de hidróxido de cálcio (143 g), 2 partes de cloreto de alumínio hexahidratado (286 g) e 4 partes de auxiliar de filtração – Celite Nuclear 545 (571 g). A cada 200 mL de caldo de sorgo adicionou-se 6, 8, 16 ou 24 g da mistura clarificante, conforme Tabela 1 e, em seguida, agitou-se bem a mistura com auxílio de bastão de vidro, que foi filtrada em papel de filtro pregueado (qualitativo 80 g). Os primeiros 20 mL do filtrado clarificado foram descartados e o restante, utilizado para realizar a LS. Para realizar a LS

utilizou-se um Sacarímetro digital – Sucromat VIS/NIR (Anton Paar, Österreich) com tubo polarimétrico de 100 mm. A cada amostra, o valor da LS era apresentado em °Z diretamente no *display* do equipamento. Antes de cada uso, o sacarímetro foi calibrado com um padrão quartzo (Anton Paar, Österreich) que indicava uma LS de 100,17°Z, que corresponde a 260 g.L⁻¹ de sacarose.

Para a construção da curva de calibração e a obtenção da LS no Sacarímetro foram seguidas as orientações contidas no Manual CONSECAN (2006). Inicialmente, a curva de calibração foi construída com as seguintes concentrações de sacarose: 65 g.L⁻¹; 130 g.L⁻¹; 195 g.L⁻¹; 260 g.L⁻¹. A concentração de sacarose presente no caldo de sorgo, obtido após prensagem e clarificação, foi estimada pela equação da reta da curva de calibração do Sacarímetro.

Para a validação do método, os parâmetros de desempenho avaliados neste trabalho foram: precisão (repetitividade – desvio padrão relativo), sensibilidade (inclinação da curva de calibração), tendência/recuperação (porcentagem de recuperação) e linearidade (coeficiente de determinação, coeficiente de correlação e inspeção visual dos resíduos de x). A definição e a determinação dos parâmetros foram feitas de acordo com as orientações do INMETRO (2011).

Paralelamente à determinação da LS, foi realizada a análise do teor de sólidos solúveis (°Brix). Para a determinação do °Brix do caldo de sorgo, utilizou-se um refratômetro – Pocket Refractometes PAL-1 (Atago, Tokio). Nessa análise utilizou-se uma alíquota de cada amostra, a qual foi previamente filtrada em algodão e analisada diretamente no refratômetro. Todas as leituras observadas para as 180 cultivares foram obtidas diretamente no *display* do equipamento. Na determinação do °Brix não há necessidade de clarificação do caldo de sorgo.

Resultados e Discussão

No processo de avaliação do método de clarificação do caldo de sorgo para a LS, os resultados obtidos para as misturas clarificantes testadas estão apresentados na Tabela 1.

Na avaliação do processo de clarificação foram consideradas a filtração e a clarificação, sendo esses parâmetros avaliados em efetivo e não efetivo, conforme indicado na Tabela 1. Um filtrado efetivo facilita as atividades do laboratório e, como a quantidade de amostras recebidas é muito grande, uma filtração não efetiva, como acontece quando se utiliza a quantidade de Octapol® usada no caldo de cana-de-açúcar (6 g a 8 g para 200 mL de caldo), prejudicaria o bom andamento das análises. A clarificação não efetiva não permite a leitura da amostra e no visor é indicado que a leitura está fora da faixa de calibração do equipamento.

O melhor resultado foi o obtido com o clarificante Octapol® e para a clarificação adequada do caldo foram necessários 24 g da mistura clarificante para 200 mL de caldo de sorgo (Tabela 1), uma quantidade três vezes maior que a utilizada no caldo da cana-de-açúcar (CONSECANA, 2006).

Para avaliar a linearidade e a sensibilidade do método, a curva de calibração construída está apresentada na Figura 1.

A faixa de trabalho de 65 g.L⁻¹ a 260 g.L⁻¹ foi considerada linear, apresentou um coeficiente de determinação (R²) de 0,9991 e um coeficiente de correlação (r) de 0,9995. A inspeção visual dos resíduos de x apresentou ser aleatória em torno da linha reta, este fato também contribui para a linearidade do método, como mostrado na Figura 2.

A sensibilidade indicada pela inclinação da equação da reta de regressão foi de 0,3865 e a diferença entre o zero da curva e o primeiro ponto indicam uma boa sensibilidade do método em estudo para a faixa de trabalho determinada.

A repetitividade do método em estudo foi dada pelo desvio padrão relativo para 5 repetições de cada padrão avaliado (Tabela 2); foram avaliados 3 padrões de sacarose dentro da faixa de trabalho da curva e um padrão de quartzo com leitura de 100,17°Z. Os valores encontrados estão abaixo de 10%, limite máximo para a faixa de concentração avaliada (EUROPEAN COMMISSION, 2002).

Para avaliar a porcentagem de recuperação são esperados valores entre 80% e 110% (EUROPEAN COMMISSION, 2002). Os valores apresentados na Tabela 2 estão dentro da faixa esperada indicando que o método em estudo apresenta boa recuperação.

Os parâmetros de desempenho avaliados foram satisfatórios e indicam que o método para determinação da LS é adequado ao uso pretendido. Depois de validado o método, ele foi colocado em uso na Embrapa Milho e Sorgo e os resultados obtidos para as 180 amostras de caldo de sorgo avaliadas estão apresentados na Tabela 3.

Os resultados avaliados apresentaram grande variação para os teores de sólidos solúveis (°Brix), LS e Sacarose nas amostras de sorgo estudadas. Essa variabilidade pode ser atribuída à diferença dos materiais genéticos, aos diferentes horários em que a amostra foi colhida; quando colhidas pela manhã as amostras se encontravam “úmidas” devido ao sereno, fato este que já não acontecia no período da tarde. Outro fator que interfere na variabilidade das leituras pode ser o diferente grau de maturidade de cada amostra.

O valor máximo para o °Brix encontrado no presente trabalho foi semelhante ao encontrado por Lourenço et.al (2007), que foi de 17 °Brix. O °Brix encontrado por Ribeiro Filho et. al (2008) foi de 11,6°Brix e está bem próximo à média aqui apresentada. Para a cana-

de-açúcar, o °Brix é de 19,39, um valor maior que o máximo encontrado para o sorgo sacarino, mas que provavelmente não prejudicará a produção de etanol (FERNANDES et. al, 2003).

Para a LS não foram encontrados dados na literatura para comparação.

Conclusão

Após avaliar as duas misturas clarificantes, podemos concluir que a mistura comercial Octapol® foi a que apresentou melhor resultado e que são necessários 24 g de Octapol® para 200 mL de caldo de sorgo para uma clarificação adequada. Os parâmetros de desempenho avaliados para o método foram satisfatórios e ele foi considerado validado. Os resultados obtidos das amostras avaliadas para °Brix e Leitura Sacarímetrica, até o momento, são promissores para uso do sorgo sacarino como matéria-prima para produção de etanol. Assim, o método para a Leitura Sacarimétrica em caldo de sorgo foi adotado na rotina de análises da Embrapa Milho e Sorgo.

Agradecimentos

À Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de Minas Gerais (Fapemig) pelo apoio Financeiro e à Polimate pelo empréstimo do Sacarímetro.

Literatura Citada

BRASIL. Decreto nº 76.593, de 14 de novembro de 1975. Institui o Programa Nacional do Alcool e dá outras providências. Diário Oficial [da] República Federativa do Brasil, Brasília, Seção 1, p. 15257, 1975.

CONSECANA. Conselho dos produtores de cana-de-açúcar, açúcar e álcool do estado de São Paulo. Manual de instruções. 5. ed. Piracicaba, 2006. 112 p.

EUROPEAN COMMISSION. Commission decision 2002/657/EC of 12 August 2002. Implementing council directive 96/23/EC concerning the performance of analytical methods and the interpretation of results. Official Journal of the European Communities, p. L221/8, 2002.

FERNANDES, A. M.; QUEIROZ, A. C.; PEREIRA, J. C.; LANA, R. P.; BARBOSA, M. H. P.; FONSECA, D. M.; DETMANN, E.; CABRAL, L. S.; PEREIRA, E. S.; VITTORI, A. Composição químico-bromatológica de variedades de cana-de-açúcar (*Saccharum spp L.*) com diferentes ciclos de produção (precoce e intermediário) em três idades de corte. Revista Brasileira de Zootecnia, Viçosa, v. 32, p. 977-985, 2003.

INMETRO. Instituto Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial. Orientação sobre validação de métodos analíticos. 4. ed. Rio de Janeiro, 2011. 19 p.

LOURENÇO, M. E. V.; MASSA, V. M. L.; PALMA, P. M. M.; RATO, A. E. M. Potencialidades do sorgo sacarino [*Sorghum bicolor* (L.) Moench] para a produção sustentável de bioetanol no Alentejo. *Revista de Ciências Agrárias*, v. 30, p. 103-110, 2007.

PARRELLA, R. A. C.; MENEGUCI, J. L. P.; RIBEIRO, A.; SILVA, A. R.; PARRELLA, N. N. L. D.; RODRIGUES, J. A. S.; TARDIN, F. D.; SCHAFFERT, R. E. Desempenho de cultivares de sorgo sacarino em diferentes ambientes visando a produção de etanol. In: CONGRESSO NACIONAL DE MILHO E SORGO, 28.; SIMPÓSIO BRASILEIRO SOBRE A LAGARTA DO CARTUCHO, 4., 2010, Goiânia. Potencialidades, desafios e sustentabilidade: resumos expandidos... Goiânia: ABMS, 2010. 1 CD-ROM.

RIBEIRO FILHO, N. M.; FLORÊNCIO, I. M.; ROCHA, A. S.; DANTAS, J. P.; FLORENTINO, E. R.; SILVA, F. L. H. Aproveitamento do caldo do sorgo sacarino para produção de aguardente. *Revista Brasileira de Produtos Agroindustriais*, Campina Grande, v. 10, p. 9-16, 2008.

TEIXEIRA, C. G.; JARDINE, J. G.; BEISMAN, D. A. Utilização do sorgo sacarino como matéria-prima complementar à cana-de-açúcar para obtenção de etanol em microdestilaria. *Ciência e Tecnologia de Alimentos*, Lavras, v. 17, n. 3, p. 221-229, 1997.

Tabela 1 – Comparação das misturas clarificantes utilizadas.

Mistura	Quantidade (g)	Filtração	Clarificação
Laboratório	6	Não efetiva	Não efetiva
Laboratório	8	Não efetiva	Não efetiva
Octapol®	6	Não efetiva	Não efetiva
Octapol®	8	Não efetiva	Não efetiva
Octapol®	16	Efetiva	Não efetiva
Octapol®	24	Efetiva	Efetiva

Tabela 2 – Resultados obtidos para repetitividade e tendência

Concentração Sacarose (g.L ⁻¹)	Repetitividade (RSD%)	Tendência (% Recuperação)
81,3	3,02	105,12
162,5	0,63	100,49
243,8	0,59	100,86
Padrão de quartzo (100,17 °Z)	-	100,00

RSD%: Desvio Padrão Relativo em porcentagem.

Tabela 3 – Resultados obtidos para as amostras de sorgo sacarino avaliadas

	Média	Mínimo	Máximo
Teor de sólidos solúveis (° Brix)	10,2	4,7	17,2
Leitura Sacarimétrica (°Z)	18,1	1,07	48,41
Sacarose (g.L ⁻¹)	49	5,4	127,9

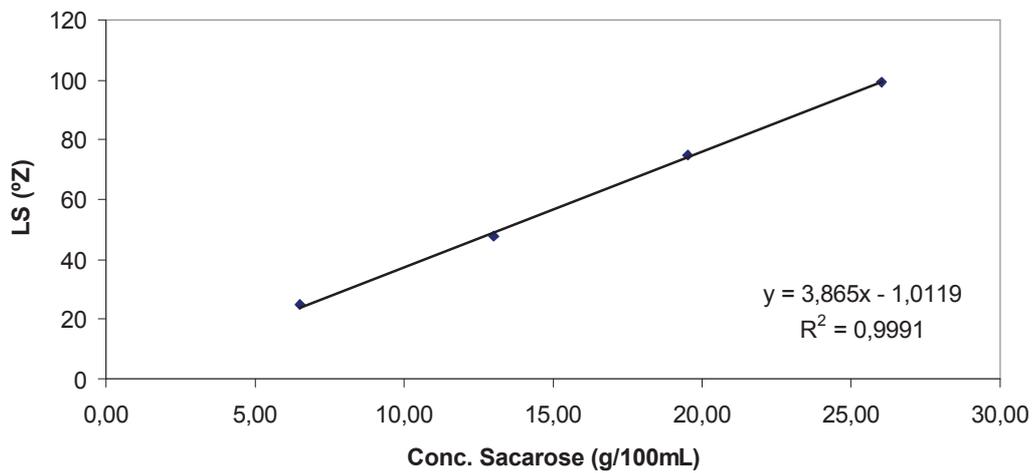


Figura 1. Curva de calibração do teor de sacarose.

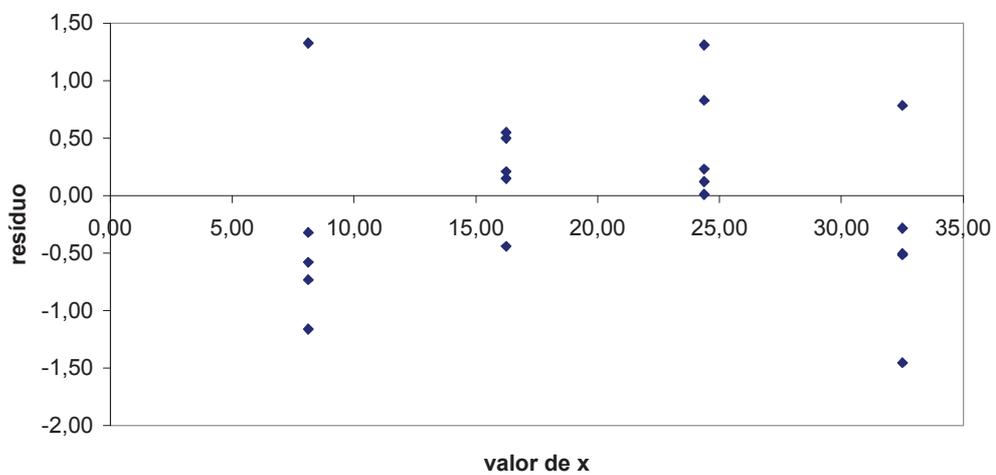


Figura 2. Gráfico dos resíduos de x para avaliação da linearidade do método.